


913

**SPUTTERING TARGET MADE OF HIGH PURITY ALUMINUM OR ITS ALLOY****Publication number:** JP6299342 (A)**Publication date:** 1994-10-25**Inventor(s):** FUKUYO HIDEAKI; SAWADA SUSUMU; NAGASAWA TAKASHI**Applicant(s):** JAPAN ENERGY CORP**Classification:****- international:** **C23C14/34; C23C14/34;** (IPC1-7): C23C14/34**- European:****Application number:** JP19930104942 19930408**Priority number(s):** JP19930104942 19930408**Also published as:** JP2857015 (B2)**Abstract of JP 6299342 (A)**

**PURPOSE:**To attain excellent uniformity of thickness distribution of a film by forming a recrystallized structure as the crystal structure of a target and regulating the average grain diameter of each part of the target and the deviation of the average grain diameter of each part from the average grain diameter of the entire target.

**CONSTITUTION:**A sputtering target is made of high purity Al (alloy) and a recrystallized structure is formed as the crystal structure of the target. The average grain diameter of each part of the target is regulated to  $\leq 500\mu\text{m}$  and the deviation of the average grain diameter of each part from the average grain diameter of the entire target obtd. by averaging the average grain diameters of many parts is regulated to  $\leq +$  or  $-15\%$ .; In the surface of the target to be sputtered, the {200} crystal orientation content of each part measured by X-ray diffraction is regulated to  $\geq 0.35$  and the deviation of the {200} crystal orientation content of each part from the {200} crystal orientation content of the entire target is regulated to  $\leq +$  or  $-15\%$ . A working method satisfying these conditions is adopted.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-299342

(43)公開日 平成6年(1994)10月25日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 2 3 C 14/34

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 9046-4K

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 12 頁)

(21)出願番号 特願平5-104942

(22)出願日 平成5年(1993)4月8日

(71)出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー

東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72)発明者 福世 秀秋

茨城県北茨城市華川町白場187番地4株式

会社日鉱共石磯原工場内

(72)発明者 沢田 進

茨城県北茨城市華川町白場187番地4株式

会社日鉱共石磯原工場内

(72)発明者 永澤 俊

茨城県北茨城市華川町白場187番地4株式

会社日鉱共石磯原工場内

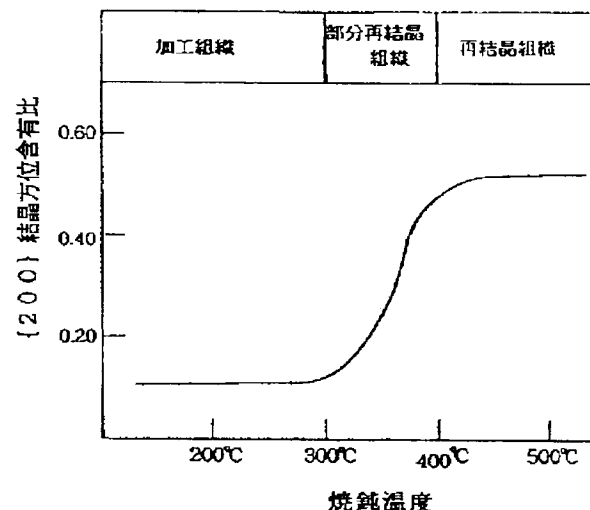
(74)代理人 弁理士 倉内 基弘 (外1名)

(54)【発明の名称】 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲット

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 スパッタリングにより形成されたAl薄膜の膜厚分布の標準偏差の3倍値が5%以下のスパッタリングターゲット。

【構成】 高純度Al, Al合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織を再結晶組織とし、各部位の平均結晶粒径が500μm以下で、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが±15%以内であるスパッタリングターゲット。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織が再結晶組織であり、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が $500\mu\text{m}$ 以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが $\pm 15\%$ 以内であることを特徴とするターゲット。

【請求項2】 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲットのスパッタ面においてX線回折法で測定された結晶方位含有比 $(200)/\{(111)+(200)+(220)+(311)\}$ がターゲットの各部位で $0.35$ 以上であり、各部位の結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の結晶方位含有比に対する各部位の結晶方位含有比のバラツキが $\pm 15\%$ 以内であることを特徴とするターゲット。

【請求項3】 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織が再結晶組織であり、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が $500\mu\text{m}$ 以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが $\pm 15\%$ 以内であり、そしてターゲットのスパッタ面においてX線回折法で測定された結晶方位含有比 $(200)/\{(111)+(200)+(220)+(311)\}$ がターゲットの各部位で $0.35$ 以上であり、各部位の結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の結晶方位含有比に対する各部位の結晶方位含有比のバラツキが $\pm 15\%$ 以内であることを特徴とするターゲット。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットに関するものであり、特に今後の半導体デバイスに対応して平均結晶粒径及び/或いは結晶方位を従来とは異なった観点より規定した高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 スパッタリングターゲットは、スパッタリングにより各種半導体デバイスの電極、ゲート、配線、素子、絶縁膜、保護膜等を基板上に形成するためのスパッタリング源となる、通常は円盤状の板である。加速された粒子がターゲット表面に衝突するとき運動量の交換によりターゲットを構成する原子が空間に放出されて対向する基板上に堆積する。スパッタリングターゲットとしては、A1及びA1合金ターゲット、高融点金属及び合金(W、Mo、Ti、Ta、Zr、Nb等及びW-Tiのようなその合金)ターゲット、金属シリサイド(MoSix、WSix、NiSix等)ターゲット等

が代表的に使用されてきた。

【0003】 こうしたターゲットの中でも重要なものの一つが、A1配線形成用のA1及びA1合金ターゲットである。A1薄膜はまたコンパクトディスクや光磁気ディスクの反射面にも使用されている。

【0004】 近年、ウエハサイズが6"から8"と大型化し、かつ回路配線の幅が $0.5\mu\text{m}$ 以下と微細化するにしたがってスパッタリングによりウエハ上に形成された薄膜の均一性は、従来の膜厚分布のバラツキの標準偏差( $\delta$ )が5%以下という規格から、その標準偏差の3倍値( $3\delta$ )が5%以下と、形成された微細配線の特性を確保する上で要求される規格が厳しくなっている。このような背景の中、スパッタ装置、スパッタ条件、ターゲット等について膜厚の均一性を改善することを目的として検討がなされているが、特に従来のターゲット品質では、異なったターゲット間で、また同一ターゲット使用時においても膜厚分布のバラツキ及びその変動が大きく、膜厚分布に関する上記規格( $3\delta < 5\%$ )を満足しないことが明らかになっている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 このようなA1及びA1合金ターゲット品質に起因すると考えられる膜厚分布のバラツキについては、ターゲットの表面及び内部の結晶構造(ここで、結晶構造とは結晶粒径や結晶配向性等である。)が、ターゲットからの原子の放出特性に大きな影響を与えるために、ターゲットの結晶構造の不均一性がウエハ上にスパッタされた薄膜の膜厚分布に大きな影響を与えていると考えられる。このため、従来の高純度アルミニウムまたはその合金ターゲットでは均一な薄膜を得るため、なるべく微細な結晶組織で、かつ結晶配向性についてもある特定の結晶面をコントロールすることが行われてきた。

【0006】 たとえば、J. Vac. Sci. Technol. A Vol 5, No4, Jul/Aug 1967の1755~1768頁に掲載された、シー・イー・ウィッカーシャム・ジュニアによる論文「Crystallographic target effects in magnetron sputtering」は、スパッタリング薄膜の膜厚均一性に対する結晶方位の影響について記載している。特開昭63-312975号は、スパッタリングによりウエハ上に形成されたアルミニウム薄膜の膜厚が中央部が厚くそして周辺部が薄い分布を有していることに鑑み、アルミニウムターゲット中心部の結晶方位含有比 $(220)/(200)$ が外周部のそれより大きいことを特徴とするアルミニウムスパッタリングターゲットを記載している。特開平2-15167号は、ターゲット表面の面積の50%以上を{111}結晶面より構成したアルミニウムスパッタリングターゲットを記載する。特開平3-2369号は、マグネトロンスパッタリングによりアルミニウムターゲットが消耗するにつれ、マグネットの回転に沿ってリング状の溝が表面に形成されると共に

3

原子の放出方向が変化し、膜厚分布が悪くなることを解決するべく、結晶方位強度比  $\{100\} / \{110\}$  をターゲット表面から内部に入るにつれ小さくすることを提唱している。特開平3-10709号は、アルミニウムターゲットのスパッタ面の結晶方位含有比  $(220) / (200)$  が0.5以上であることを特徴とするターゲットを記載している。更には、特開平4-2346170号は、2mm以下の粒度及び  $\langle 110 \rangle$  繊維組織を有するアルミニウムターゲットにおいて繊維軸をランダム20倍以上のX線回折強度を有するものとするターゲットを記載している。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらターゲットでは、標準偏差の3倍値 ( $\delta$ ) が5%以下という上記規格を満足させるに至らない。本発明の課題は、スパッタリングにより形成されたA1薄膜の均一性を標準偏差の3倍値 ( $3\delta$ ) が5%以下という上記規格を満足させるまでにスパッタリングターゲットを改善する技術を確立することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者は、スパッタリングによりウエハ上に形成された薄膜の均一性を改善する目的で、結晶組織、結晶粒径及び結晶配向性の膜厚分布への影響を検討した結果、(1) ターゲットの結晶組織を再結晶組織として、ターゲットの各部位での平均結晶粒径の絶対値並びにターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキを所定水準に規制しそして(2)  $(200)$  結晶方位含有率、即ちターゲットのスパッタ面における結晶方位  $(200)$  の全体の結晶方位  $(111)$ 、 $(200)$ 、 $(220)$  及び  $(311)$  の和に対する比率の絶対値及びそのバラツキを調整することにより、従来達成することができなかった優れた膜厚分布均一性を得ることが可能になった。

【0009】この知見に基づいて、本発明は、(1) 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織が再結晶組織であり、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が  $500\mu\text{m}$  以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であることを特徴とするターゲット、(2) 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲットのスパッタ面においてX線回折法で測定された結晶方位含有比  $(200) / \{ (111) + (200) + (220) + (311) \}$  がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の結晶方位含有比に対する各部位の結晶方位含有比のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であることを特徴とするターゲット、及び(3) 高純度アルミニウムまたはその

4

合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織が再結晶組織であり、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が  $500\mu\text{m}$  以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であり、そしてターゲットのスパッタ面においてX線回折法で測定された結晶方位含有比  $(200) / \{ (111) + (200) + (220) + (311) \}$  がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の結晶方位含有比に対する各部位の結晶方位含有比のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であることを特徴とするターゲットを提供するものである。

【0010】

【作用】ターゲット結晶組織を再結晶組織と規定したのは、結晶組織の熱的な安定性を狙ったもので、スパッタリング時のターゲットの温度上昇のため、加工組織ではターゲット結晶組織の回復または部分再結晶化等が起こり、ターゲット結晶組織の変質に伴う経時的な膜厚分布の変動が起こるためである。また、ターゲットの各部位での平均結晶粒径を  $500\mu\text{m}$  以下とするのは、平均結晶粒径が  $500\mu\text{m}$  を超えるような粗大結晶粒では各結晶粒からの原子の放出特性の違いが顕著化するためであり、ターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキを  $\pm 15\%$  以下とするのは、バラツキが  $\pm 15\%$  を超えると、同様にターゲット各部位のスパッタ速度の違いが顕著化し膜厚分布の不均一性が生じるためである。ターゲットの各部位での平均結晶粒径を  $300\mu\text{m}$  以下とすることが好ましい。

【0011】アルミニウムターゲットのスパッタ面において通常出現する、X線回折法で測定された結晶方位の主たるものは、 $(111)$ 、 $(200)$ 、 $(220)$  及び  $(311)$  である。この内でも、理由は完全には究明されていないが、 $(200)$  方位の全体の結晶方位に対する存在比率が熱的に安定なターゲット結晶組織を得るための指標として重要であることが判明した。そこで、

$(200)$  方位含有比  $(200) / \{ (111) + (200) + (220) + (311) \}$  がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の結晶方位含有比に対する各部位の結晶方位含有比のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であることが必要である。

【0012】即ち、ターゲットの各部位での結晶方位含有比が0.35未満では、図1に結晶組織と結晶方位含有比の関係を示すように、ターゲットの結晶組織は熱的に不安定な加工組織または不安定な部分再結晶組織であり、結晶方位含有比が0.35以上となると安定した部分再結晶組織及び再結晶組織となる。また、ターゲット全体の平均結晶方位含有比に対する各部位の結晶方位含有比のバラツキが  $\pm 15\%$  以上では各部位のスパッタ速

度の違いが顕著化し、膜厚分布の不均一性が生じる。

【0013】本発明のスパッタリングターゲットの素材として用いる高純度アルミニウムは4N以上のアルミニウムを意味し、その合金とはスパッタリングターゲットとして通常添加されるSi、Cu、Ti、Ge、Cr、Mo等の元素を高純度アルミニウムに一種または二種以上を10重量%以下含有するものである。

【0014】そして、本発明のターゲットの上記品質の調整は圧延や鍛造等の塑性加工と熱処理を組み合わせることにより行うことができるが、具体的な品質調整の程度はターゲット素材の純度及び合金組成、また鑄造組織、塑性加工及び熱処理の方法等に強く依存して一般的に規定できない。しかし、ターゲット素材及び鑄造組織、塑性加工及び熱処理の方法等が特定されれば、容易に上記所定の品質を得るための塑性及び熱処理条件を見いだすことは可能である。

【0015】例えば、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が500 $\mu$ m以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが $\pm 15\%$ 以内の条件を達成するためには、アルミニウム（合金）インゴットを素材の再結晶温度以上で熱間加工し、鑄造組織を破壊して結晶粒度を均一化すると共に、最終的な均一微細な再結晶組織を付与するため、再結晶温度未満で所定の最終形状に均一に温間もしくは冷間加工を行った後、素材の再結晶温度域でターゲット全体に均一な熱処理を施し、再結晶化を完了させる。ここで、素材の再結晶温度は素材の純度、組成、並びに添加成分またはその化合物の析出状態に主に依存する。

【0016】例えば、結晶方位含有比(200)/{(111)+(200)+(220)+(311)}がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の結晶方位含有比に対する各部位の結晶方位含有比のバラツキが $\pm 15\%$ 以内の条件を実現するためには、上記加工工程の内、加工比を1.5以上として均一に温間もしくは冷間加工を行い、その後、素材の再結晶温度域でターゲット全体に均一な熱処理を施し、再結晶を完了させることが必要である。ここで、加工比が1.5未満では、熱処理後の再結晶組織に対応する均一な結晶方位含有比を実現することができない。

【0017】平均結晶粒径並びに結晶方位含有比の両条件を実現するためには、上記両方の条件を満たす加工方法を採用すればよい。

【0018】次に結晶方位含有比の測定方法については、測定試料は試料表面の加工変質層を電解研磨等で化

学的に除去した後、X線回折計で各結晶方位に対応する回折線の強度を測定する。得られた回折線の強度値は各結晶方位の回折線の相対強度比(JCPDS Cardを参照)で補正し、その補正強度から(200)面の結晶方位含有比を算出する。なお、結晶方位含有比の算出方法を表1に示す。各部位での平均結晶粒度の測定は、JIS・H0501に記載される切断法により行った。

【0019】

【表1】

| 結晶面指数 | 相対強度比<br>(JCPDS Card) | 測定強度値 | 補正強度  |
|-------|-----------------------|-------|-------|
| (111) | 100                   | A     | A/100 |
| (200) | 47                    | B     | B/47  |
| (220) | 22                    | C     | C/22  |
| (311) | 24                    | D     | D/24  |

【0020】

【実施例】以下、実施例及び比較例とを示す。アルミニウム合金(A1-3.0wt%Cu)のインゴットを塑性加工及び熱処理により、それぞれ表2に示す結晶組織及び結晶配向性を有するターゲットA、ターゲットB及びターゲットCを製造した。ターゲットAは本発明に従うものでありそしてターゲットB及びCは比較例である。ターゲットの形状は、直径約320mmそして厚み約12mmの平板状スパッタリングターゲットであった。ターゲットA、B及びCの製造条件は次の通りである：

(A) ターゲットA：A1-3.0wt%Cuのインゴットを520℃で熱間加工し、その後、275℃で加工比を2.0として温間加工を行い、470℃で1時間ターゲット全体に均一な熱処理を施した。

(B) ターゲットB：A1-3.0wt%Cuのインゴットを520℃で熱間加工し、その後、275℃で加工比を2.0として温間加工を行い、均熱温度分布が狭い熱処理炉を使用して420℃で1時間熱処理を施した。

(C) ターゲットC：A1-3.0wt%Cuのインゴットを500℃で熱間加工し、その後、275℃で鍛造材の片側半分を加工比1.8として、また残り半分を加工比1.3として温間加工を行い、450℃で1時間ターゲット全体に均一な熱処理を施した。

【0021】

【表2】

7

8

| ターゲット | 結晶粒径 (上段: $\mu\text{m}$ ) と結晶方位含有率 (下段) |      |      |      |      | 平均   |
|-------|---|------|------|------|------|------|
|       | 外周部1                                    | 外周部2 | 外周部3 | 外周部4 | 中央部  |      |
| A     | 240                                     | 235  | 253  | 251  | 246  | 245  |
|       | 0.48                                    | 0.52 | 0.55 | 0.46 | 0.43 | 0.48 |
| B     | 95                                      | 87   | 91   | 100  | 180  | 111  |
|       | 0.55                                    | 0.52 | 0.46 | 0.49 | 0.44 | 0.49 |
| C     | 230                                     | 243  | 131  | 126  | 137  | 173  |
|       | 0.11                                    | 0.09 | 0.51 | 0.43 | 0.49 | 0.32 |

【0022】表3は、表2の測定結果から算出した結晶粒径のバラツキ及び結晶方位含有率のバラツキを示す。 \* 【0023】

\* 【表3】

| ターゲット | 結晶粒径のバラツキ (%)    |      |      |      |     |
|-------|------------------|------|------|------|-----|
|       | 外周部1             | 外周部2 | 外周部3 | 外周部4 | 中央部 |
| A     | 2                | 4    | 3    | 2    | 0.4 |
| B     | 14               | 21   | 18   | 9    | 62  |
| C     | 32               | 40   | 24   | 27   | 20  |
| ターゲット | 結晶方位含有率のバラツキ (%) |      |      |      |     |
|       | 外周部1             | 外周部2 | 外周部3 | 外周部4 | 中央部 |
| A     | 0                | 8    | 14   | 4    | 10  |
| B     | 12               | 6    | 6    | 0    | 10  |
| C     | 65               | 71   | 59   | 34   | 53  |

【0024】これらターゲットをマグネトロン型スパッタ装置に取付けて8" ウエハ基板上に成膜した。表4は各ターゲットについてのスパッタ膜の膜厚分布の標準偏差 ( $\delta$ ) を示す。なお、膜厚分布は四端子法によりウエハ上121点のシート抵抗値測定結果から換算した。表3に示すように、(200) 面結晶方位含有比が均一であるターゲットA及びBのうち、平均結晶粒径が約250  $\mu\text{m}$  と大きい、ターゲット全体に結晶粒径が均一なターゲットAが、平均結晶粒径が約120  $\mu\text{m}$  と小さい

がターゲット外周と中心で結晶粒径が異なるターゲットBより優れた膜厚均一性を示した。ターゲットAの標準偏差 ( $\delta$ ) の3倍値 ( $3\delta$ ) は4.05と5%以下であったが、ターゲットBの標準偏差 ( $\delta$ ) の3倍値は ( $3\delta$ ) 5.04と、5%を僅かに超えた。またターゲットの左右で(200) 面結晶方位含有比及び結晶粒径が異なるターゲットCは大きな膜厚不均一性を示した。そのため、ターゲットCの標準偏差 ( $\delta$ ) の3倍値 ( $3\delta$ ) は6.75となった。

【0025】

【表4】

| ターゲット                | A    | B    | C    |
|----------------------|------|------|------|
| 膜厚分布の<br>標準偏差<br>(%) | 1.35 | 1.68 | 2.25 |

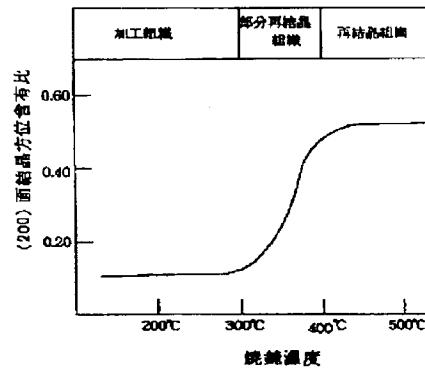
【0026】

【発明の効果】異なったターゲット間及び同一ターゲット使用時においても膜厚分布のバラツキ及びその変動が少なく、安定して優れた膜厚分布均一性を示す。これにより、ウエハ上に形成されたLSI等の回路の不良率が改善される。

【図面の簡単な説明】

【図1】(200)面結晶方位含有比と焼鈍温度及びターゲット組織との関係を示すグラフである。

【図1】



【手続補正書】

【提出日】平成5年9月24日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲット

【特許請求の範囲】

【請求項1】高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織が再結晶組織であり、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が500μm以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが±15%以内であることを特徴とするターゲット。

【請求項2】高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲットのスパッタ面においてX線回折法で測定された{200}結晶方位含有比(\*1)がターゲットの各部位で0.35以上でありそして各部位の{200}結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の{200}結晶方位含有比に対する各部位の{200}結晶方位含有比のバラツキが±15%以内であることを特徴とするターゲット。

(\*1)ここで、{200}結晶方位含有比は次式によりX線回折法で測定される代表的な結晶面である(200)、(111)、(220)及び(311)について各面からの回折強度を完全にランダムに配向していると考えられる粉末からの回折強度で正規化した補正強度を用いて定義される：

【数1】

$$\{200\} \text{ 結晶方位含有比} = \frac{I_{(200)}/47}{I_{(111)}/100 + I_{(200)}/47 + I_{(220)}/22 + I_{(311)}/24}$$

(ところで、I<sub>(111)</sub>、I<sub>(200)</sub>、I<sub>(220)</sub>及びI<sub>(311)</sub>はX線回折で(200)、

(111)、(220)及び(311)各結晶面それぞれに対する回折線のピーク強度である。)

【請求項3】 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織が再結晶組織であり、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が $500\mu\text{m}$ 以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが $\pm 15\%$ 以内であり、そしてターゲットのスパッタ面においてX線回折法で測定された{200}結晶方位含有比(\*1)がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の{200}結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の{200}\*

\*0}結晶方位含有比に対する各部位の{200}結晶方位含有比のバラツキが $\pm 15\%$ 以内であることを特徴とするターゲット。(\*1)ここで、{200}結晶方位含有比は次式によりX線回折法で測定される代表的結晶面である(200)、(111)、(220)及び(311)について各面からの回折強度を完全にランダムに配向していると考えられる粉末からの回折強度で正規化した補正強度を用いて定義される：

【数2】

$$\text{(200) 結晶方位含有比} = \frac{I_{(200)}/47}{I_{(111)}/100 + I_{(200)}/47 + I_{(220)}/22 + I_{(311)}/24}$$

(ところで、 $I_{(111)}$ 、 $I_{(200)}$ 、 $I_{(220)}$ 及び $I_{(311)}$ はX線回折で(200)、(111)、(220)及び(311)各結晶面それぞれに対する回折線のピーク強度である。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットに関するものであり、特に今後の半導体デバイスに対応して平均結晶粒径及び/或いは結晶方位を従来とは異なった観点より規定した高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットに関するものである。

【0002】

【従来の技術】スパッタリングターゲットは、スパッタリングにより各種半導体デバイスの電極、ゲート、配線、素子、絶縁膜、保護膜等を基板上に形成するためのスパッタリング源となる、通常は円盤状の板である。加速された粒子がターゲット表面に衝突するとき運動量の交換によりターゲットを構成する原子が空間に放出されて対向する基板上に堆積する。スパッタリングターゲットとしては、Al及びAl合金ターゲット、高融点金属及び合金(W、Mo、Ti、Ta、Zr、Nb等及びW-Tiのようなその合金)ターゲット、金属シリサイド(MoSi<sub>x</sub>、WSi<sub>x</sub>、NiSi<sub>x</sub>等)ターゲット等が代表的に使用されてきた。

【0003】こうしたターゲットの中でも重要なものの一つが、Al配線形成用のAl及びAl合金ターゲットである。Al薄膜はまたコンパクトディスクや光磁気ディスクの反射面にも使用されている。

【0004】近年、ウエハサイズが6"から8"と大型化し、かつ回路配線の幅が $0.5\mu\text{m}$ 以下と微細化するにはたがってスパッタリングによりウエハ上に形成された薄膜の均一性は、従来の膜厚分布のバラツキの標準偏差( $\sigma$ )が5%以下という規格から、その標準偏差の3倍値( $3\sigma$ )が5%以下と、形成された微細配線の特性を確保する上で要求される規格が厳しくなっている。

る。このような背景の中、スパッタ装置、スパッタ条件、ターゲット等について膜厚の均一性を改善することを目的として検討がなされているが、特に従来のターゲット品質では、異なったターゲット間で、また同一ターゲット使用時においても膜厚分布のバラツキ及びその変動が大きく、膜厚分布に関する上記規格( $3\sigma < 5\%$ )を満足しないことが明らかになっている。

【0005】このようなAl及びAl合金ターゲット品質に起因すると考えられる膜厚分布のバラツキについては、ターゲットの表面及び内部の結晶構造(ここで、結晶構造とは結晶粒径や結晶配向性等である。)が、ターゲットからの原子の放出特性に大きな影響を与えるために、ターゲットの結晶構造の不均一性がウエハ上にスパッタされた薄膜の膜厚分布に大きな影響を与えていると考えられる。このため、従来の高純度アルミニウムまたはその合金ターゲットでは均一な薄膜を得るため、なるべく微細な結晶組織で、かつ結晶配向性についてもある特定の結晶面をコントロールすることが行われてきた。

【0006】たとえば、j. Vac. Sci. Technol. A Vol 5, No 4, Jul/Aug 1967の1755~1768頁に掲載された、シー・イー・ウィッカーシャム・ジュニアによる論文「Crystallographic target effect in magnetron sputtering」は、スパッタリング薄膜の膜厚均一性に対する結晶方位の影響について記載している。特開昭63-312975号は、スパッタリングによりウエハ上に形成されたアルミニウム薄膜の膜厚が中央部が厚くそして周辺部が薄い分布を有していることに鑑み、アルミニウムターゲット中心部の結晶方位含有比{220}/{200}が外周部のそれより大きいことを特徴とするアルミニウムスパッタリングターゲットを記載している。特開平2-15167号は、ターゲット表面の面積の50%以上を(111)結晶面より構成したアルミニウムスパッタリングターゲットを記載する。特開平3-2369号は、マグネトロンスパッタリングによりアルミニウムタ



ターゲットが消耗するにつれ、マグネットの回転に沿ってリング状の溝が表面に形成されると共に原子の放出方向が変化し、膜厚分布が悪くなることを解決するべく、結晶方位強度比  $\{100\} / \{110\}$  をターゲット表面から内部に入るにつれ小さくすることを提唱している。特開平3-10709号は、アルミニウムターゲットのスパッタ面の結晶方位含有比  $\{220\} / \{200\}$  が0.5以上であることを特徴とするターゲットを記載している。更には、特開平4-2346170号は、2mm以下の粒度及び  $\{110\}$  繊維組織を有するアルミニウムターゲットにおいて繊維軸をランダムに20倍以上のX線回折強度を有するものとするターゲットを記載している。

#### 【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらターゲットでは、標準偏差の3倍値 ( $3\sigma$ ) が5%以下という上記規格を満足させるに至らない。本発明の課題は、スパッタリングにより形成されたA1薄膜の均一性を標準偏差の3倍値 ( $3\sigma$ ) が5%以下という上記規格を満足させるまでにスパッタリングターゲットを改善する技術を確立することである。

#### 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者は、スパッタリングによりウエハ上に形成された薄膜の均一性を改善する目的で、結晶組織、結晶粒径及び結晶配向性の膜厚分布への影響を検討した結果、(1) ターゲットの結晶組織を再結晶組織として、ターゲットの各部位での平均結晶粒径の絶対値並びにターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキを所定水準に規制しそして(2)  $\{200\}$  結晶方位含有率、即ちターゲットのスパッタ面における結晶方位  $\{200\}$  の全体の結晶方位  $\{111\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{220\}$  及び  $\{311\}$  の和に対する比率の絶対値及びそのバラツキを調整することにより、従来達成することができなかった優れた膜厚分布均一性を得ることができることが明らかになった。

\*

$$(200) \text{ 結晶方位含有比} = \frac{I_{(200)}/47}{I_{(111)}/100 + I_{(200)}/47 + I_{(220)}/22 + I_{(311)}/24}$$

(ところで、 $I_{(111)}$ 、 $I_{(200)}$ 、 $I_{(220)}$  及び  $I_{(311)}$  はX線回折で  $\{200\}$ 、 $\{111\}$ 、 $\{220\}$  及び  $\{311\}$  各結晶面それぞれに対する回折線のピーク強度である。)

#### 【0010】

【作用】ターゲット結晶組織を再結晶組織と規定したのは、結晶組織の熱的な安定性を狙ったもので、スパッタリング時のターゲットの温度上昇のため、加工組織ではターゲット結晶組織の回復または部分再結晶化等が起こり、ターゲット結晶組織の変質に伴う経時的な膜厚分布

\*【0009】この知見に基づいて、本発明は、(1) 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織が再結晶組織であり、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が  $500 \mu\text{m}$  以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であることを特徴とするターゲット、(2) 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲットのスパッタ面においてX線回折法で測定された  $\{200\}$  結晶方位含有比がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の  $\{200\}$  結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の  $\{200\}$  結晶方位含有比に対する各部位の  $\{200\}$  結晶方位含有比のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であることを特徴とするターゲット、及び(3) 高純度アルミニウムまたはその合金からなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット結晶組織が再結晶組織であり、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が  $500 \mu\text{m}$  以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であり、そしてターゲットのスパッタ面においてX線回折法で測定された  $\{200\}$  結晶方位含有比がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の  $\{200\}$  結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の  $\{200\}$  結晶方位含有比に対する各部位の  $\{200\}$  結晶方位含有比のバラツキが  $\pm 15\%$  以内であることを特徴とするターゲットを提供するものである。ここで、 $\{200\}$  結晶方位含有比は、次式によりX線回折法で測定される代表的な結晶面である  $\{200\}$ 、 $\{111\}$ 、 $\{220\}$  及び  $\{311\}$  について各面からの回折強度を完全にランダムに配向していると考えられる粉末からの回折強度で正規化した補正強度を用いて定義される：

#### 【数3】

$$I_{(200)}/47$$

の変動が起こるためである。また、ターゲットの各部位での平均結晶粒径を  $500 \mu\text{m}$  以下とするのは、平均結晶粒径が  $500 \mu\text{m}$  を超えるような粗大結晶粒では各結晶粒からの原子の放出特性の違いが顕著化するためであり、ターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキを  $\pm 15\%$  以下とするのは、バラツキが  $\pm 15\%$  を超えると、同様にターゲット各部位のスパッタ速度の違いが顕著化し膜厚分布の不均一性が生じるためである。ターゲットの各部位での平均結晶粒径を  $300 \mu\text{m}$  以下とすることが好ましい。

【0011】アルミニウムターゲットのスパッタ面において通常出現する、X線回折法で測定された結晶方位の主たるものは、{111}、{200}、{220}及び{311}である。この内でも、理由は完全には究明されていないが、{200}方位の全体の結晶方位に対する存在比率が熱的に安定なターゲット結晶組織を得るための指標として重要であることが判明した。そこで、{200}結晶方位含有比がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の{200}結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の{200}結晶方位含有比\*

$$\{200\} \text{ 結晶方位含有比} = \frac{I_{(200)}/47}{I_{(111)}/100 + I_{(200)}/47 + I_{(220)}/22 + I_{(311)}/24}$$

(ところで、 $I_{(111)}$ 、 $I_{(200)}$ 、 $I_{(220)}$ 及び $I_{(311)}$ はX線回折で{200}、{111}、{220}及び{311}各結晶面それぞれに対する回折線のピーク強度である。)

【0012】即ち、ターゲットの各部位での結晶方位含有比が0.35未満では、図1に結晶組織と結晶方位含有比の関係を示すように、ターゲットの結晶組織は熱的に不安定な加工組織または不安定な部分再結晶組織であり、結晶方位含有比が0.35以上となると安定した部分再結晶組織及び再結晶組織となる。また、ターゲット全体の平均結晶方位含有比に対する各部位の結晶方位含有比のバラツキが±15%以上では各部位のスパッタ速度の違いが顕著化し、膜厚分布の不均一性が生じる。

【0013】本発明のスパッタリングターゲットの素材として用いる高純度アルミニウムは4N以上のアルミニウムを意味し、その合金とはスパッタリングターゲットとして通常添加されるSi、Cu、Ti、Ge、Cr、Mo等の元素を高純度アルミニウムに一種または二種以上を10重量%以下含有するものである。

【0014】そして、本発明のターゲットの上記品質の調整は圧延や鍛造等の塑性加工と熱処理を組み合わせることにより行うことができるが、具体的な品質調整の程度はターゲット素材の純度及び合金組成、また鑄造組織、塑性加工及び熱処理の方法等に強く依存して一般的に規定できない。しかし、ターゲット素材及び鑄造組織、塑性加工及び熱処理の方法等が特定されれば、容易に上記所定の品質を得るための塑性及び熱処理条件を見いだすことは可能である。

【0015】例えば、ターゲットの各部位での平均結晶粒径が500μm以下であり、各部位の平均結晶粒径を平均化したターゲット全体の平均結晶粒径に対する各部位の平均粒径のバラツキが±15%以内の条件を達成するためには、アルミニウム(合金)インゴットを素材の再結晶温度以上で熱間加工し、鑄造組織を破壊して結晶粒度を均一化すると共に、最終的な均一微細な再結晶組織を付与するため再結晶温度未満で所定の最終形状に均

\*に対する各部位の{200}結晶方位含有比のバラツキが±15%以内であることが必要である。ここで、{200}結晶方位含有比は、X線回折法で測定される代表的な結晶面である{200}、{111}、{220}及び{311}について各面からの回折強度を完全にランダムに配向していると考えられる粉末からの回折強度で正規化した補正強度を用いて次式により定義される：  
【数4】

$$I_{(200)}/47$$

一に温間もしくは冷間加工を行った後、素材の再結晶温度域でターゲット全体に均一な熱処理を施し、再結晶完了させる。ここで、素材の再結晶温度は素材の純度、組成、並びに添加成分またはその化合物の析出状態に主に依存する。

【0016】例えば、{200}結晶方位含有比がターゲットの各部位で0.35以上であり、各部位の{200}結晶方位含有比を平均化したターゲット全体の{200}結晶方位含有比に対する各部位の{200}結晶方位含有比のバラツキが±15%以内の条件を実現するためには、上記加工工程の内、加工比を1.5以上として均一に温間もしくは冷間加工を行い、その後、素材の再結晶温度域でターゲット全体に均一な熱処理を施し、再結晶を完了させることが必要である。ここで、加工比が1.5未満では、熱処理後の再結晶組織に対応する均一な{200}結晶方位含有比を実現することができない。

【0017】平均結晶粒径並びに{200}結晶方位含有比の両条件を実現するためには、上記両方の条件を満たす加工方法を採用すればよい。

【0018】次に{200}結晶方位含有比の測定方法については、測定試料は試料表面の加工変質層を電解研磨等で化学的に除去した後、X線回折計で各結晶方位に対応する回折線の強度を測定する。X線回折法で測定される代表的な結晶面である{200}、{111}、

{220}及び{311}について各面からの回折強度を完全にランダムに配向していると考えられる粉末からの回折強度で正規化した補正強度が用いられる。即ち、得られた回折線の強度値は各結晶方位の回折線の相対強度比(JCPDS Cardを参照)で補正し、その補正強度から{200}結晶方位含有比を算出する。なお、結晶方位含有比の算出方法を表1に示す。各部位での平均結晶粒度の測定は、JIS・HO501に記載される切断法により行った。

【0019】

【表1】

| 結晶方位  | 相対強度比<br>(JCPDS Card) | 測定強度値 | 補正強度  |
|-------|-----------------------|-------|-------|
| {111} | 100                   | A     | A/100 |
| {200} | 47                    | B     | B/47  |
| {220} | 22                    | C     | C/22  |
| {311} | 24                    | D     | D/24  |

## 【0020】

【実施例】以下、実施例及び比較例とを示す。アルミニウム合金（A1-3.0wt%Cu）のインゴットを塑性加工及び熱処理により、それぞれ表2に示す結晶組織及び結晶配向性を有するターゲットA、ターゲットB及びターゲットCを製造した。ターゲットAは本発明に従うものでありそしてターゲットB及びCは比較例である。ターゲットの形状は、直径約320mmそして厚み\*

\*約12mmの平板状スパッタリングターゲットであつた。

ターゲットA、B及びCの製造条件は次の通りである：

(A) ターゲットA：A1-3.0wt%Cuのインゴットを520℃で熱間加工し、その後、275℃で加工比を2.0として温間加工を行い、470℃で1時間ターゲット全体に均一な熱処理を施した。

(B) ターゲットB：A1-3.0wt%Cuのインゴットを520℃で熱間加工し、その後、275℃で加工比を2.0として温間加工を行い、均熱温度分布が狭い熱処理炉を使用して420℃で1時間熱処理を施した。

(C) ターゲットC：A1-3.0wt%Cuのインゴットを500℃で熱間加工し、その後、275℃で鍛造材の片側半分を加工比1.8として、また残り半分を加工比1.3として温間加工を行い、450℃で1時間ターゲット全体に均一な熱処理を施した。

## 【0021】

【表2】

| ターゲット | 結晶粒径（上段：μm）<br>{200} 結晶方位含有率（下段） |      |      |      |      | 平均   |
|-------|----------------------------------|------|------|------|------|------|
|       | 外周部1                             | 外周部2 | 外周部3 | 外周部4 | 中央部  |      |
| A     | 240                              | 235  | 253  | 251  | 246  | 245  |
|       | 0.48                             | 0.52 | 0.55 | 0.46 | 0.43 | 0.48 |
| B     | 95                               | 87   | 91   | 100  | 180  | 111  |
|       | 0.55                             | 0.52 | 0.46 | 0.49 | 0.44 | 0.49 |
| C     | 230                              | 243  | 131  | 126  | 137  | 173  |
|       | 0.11                             | 0.09 | 0.51 | 0.43 | 0.49 | 0.32 |

【0022】表3は、表2の測定結果から算出した結晶粒径のパラッキ及び{200}結晶方位含有率のパラッキを示す。

## 【0023】

【表3】

| ターゲット | 結晶粒径のバラツキ (%)          |      |      |      |     |
|-------|------------------------|------|------|------|-----|
|       | 外周部1                   | 外周部2 | 外周部3 | 外周部4 | 中央部 |
| A     | 2                      | 4    | 3    | 2    | 0.4 |
| B     | 14                     | 21   | 18   | 9    | 62  |
| C     | 32                     | 40   | 24   | 27   | 20  |
| ターゲット | {200} 結晶方位含有率のバラツキ (%) |      |      |      |     |
|       | 外周部1                   | 外周部2 | 外周部3 | 外周部4 | 中央部 |
| A     | 0                      | 8    | 14   | 4    | 10  |
| B     | 12                     | 6    | 6    | 0    | 10  |
| C     | 65                     | 71   | 59   | 34   | 53  |

【0024】これらターゲットをマグネトロン型スパッタ装置に取付けて8"ウエハ基板上に成膜した。表4は各ターゲットについてのスパッタ膜の膜厚分布の標準偏差( $\sigma$ )を示す。なお、膜厚分布は四端子法によりウエハ上121点のシート抵抗値測定結果から換算した。表3に示すように、{200}結晶方位含有比が均一であるターゲットA及びBのうち、平均結晶粒径が約250 $\mu$ mと大きい、ターゲット全体に結晶粒径が均一なターゲットAが、平均結晶粒径が約120 $\mu$ mと小さいターゲット外周と中心で結晶粒径が異なるターゲットBより優れた膜厚均一性を示した。ターゲットAの標準偏差( $\sigma$ )の3倍値(3 $\sigma$ )は4.05と5%以下であったが、ターゲットBの標準偏差( $\sigma$ )の3倍値(3 $\sigma$ )は5.04と、5%を僅かに超えた。またターゲットの左右で{200}結晶方位含有比及び結晶粒径が異なるターゲットCは大きな膜厚不均一性を示した。そのため、ターゲットCの標準偏差( $\sigma$ )の3倍値(3 $\sigma$ )は6.75となった。

【0025】

【表4】

| ターゲット         | A    | B    | C    |
|---------------|------|------|------|
| 膜厚分布の標準偏差 (%) | 1.35 | 1.68 | 2.25 |

【0026】

【発明の効果】異なったターゲット間及び同一ターゲット使用時においても膜厚分布のバラツキ及びその変動が少なく、安定して優れた膜厚分布均一性を示す。これにより、ウエハ上に形成されたLSI等の回路の不良率が改善される。

【図面の簡単な説明】

【図1】{200}結晶方位含有比と焼鈍温度及びターゲット組織との関係を示すグラフである。

【手続補正2】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】全図

【補正方法】変更

【補正内容】

【図1】

